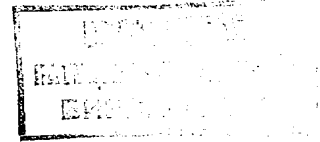




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- 1
- (21) 4482233/26
(22) 26.07.88
(46) 15.04.91. Бюл. № 14
(71) Белорусский технологический институт им.С.М.Кирова и Череповецкое производственное объединение "Аммофос"
(72) А.Н.Мурашкевич, Н.И.Воробьев, Л.В.Белякова, В.В.Печковский, В.И.Полойко, И.Н.Громова, С.В.Нутрихина, С.Н.Мальчугин и П.С.Кислицин
(53) 678.046 (088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 1542899, кл. С 01 В 33/18, 19.02.88.
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ
(57) Изобретение относится к способам получения высокодисперсного диоксида

2

кремния, применяемого в качестве минерального наполнителя в шинной и резинотехнической промышленности, и позволяет сократить время проведения процесса за счет ускорения процесса фильтрации. 18-26%-ную гексафторкремниевую кислоту смешивают в струйном смесителе с аммиачной водой при распылении при величине критерия Вебера, равной $(0,005-2) \cdot 10^4$, полученную суспензию перемешивают и обрабатывают 10-26%-ным раствором фторида аммония или раствором той же концентрации, содержащим смесь фторида и бифторида аммония, или маточным раствором, полученным после фильтрации суспензии, причем обработку ведут при массовом соотношении суспензия:раствор 2,52 - 3,28:1. 1 табл.

Изобретение относится к способам получения высокодисперсного диоксида кремния, применяемого в качестве минерального наполнителя в шинной и резинотехнической промышленности.

Цель изобретения - сокращение времени проведения процесса за счет ускорения процесса фильтрации.

Пр и м е р. 188 мл 22%-ного раствора гексафторкремниевой кислоты смешивают в струйном смесителе с 179 мл аммиачной воды концентрацией 24 мас.% при значении критерия Вебера (We) 100. На выходе из смесителя в поток нейтрализованной до pH 8,8 суспензии вводят 183 мл 18%-ного раствора фторида аммония со скоростью 1,6 л/мин,

обеспечивающей массовое соотношение между суспензией диоксида кремния и раствором фторида аммония 2,9:1. Конечную суспензию перемешивают 20 мин при 45°C, затем фильтруют под вакуумом, осадок промывают на фильтре водой в количестве 450 мл и сушат при 120-150°C до постоянной массы в неподвижном слое. Подсушенный продукт имеет удельную поверхность по фенолу 165 м²/г, насыпную массу 160 г/л, коэффициент фильтрации $0,45 \cdot 10^{-5}$ см/с, содержание F-иона в нем 0,5 мас.%, выход продукта 97% от теоретического. Маточный раствор фторида аммония после фильтрации содержит 18,7 мас.% соли.

Результаты остальных опытов и данные по известному способу представлены в таблице.

Маточный раствор содержит смесь фторида и незначительного количества гексафторсиликата аммония (примеры 6, 8-12).

Коэффициенты фильтрации определяют по формуле

$$K_{\phi} = \frac{Q \cdot l}{S \cdot H \cdot \tau} \quad (\text{см/с}),$$

где Q — объем фильтрата, см^3 ;

l — толщина слоя осадка, см ;

S — поверхность осадка на фильтре, см^2 ;

H — разрежение под фильтром, см вод.ст. ;

τ — время фильтрации, с .

По примерам 10 и 12 достигается высокая скорость фильтрации, однако не обеспечивается получение продукта с высокой удельной поверхностью в пределах 160-200 $\text{м}^2/\text{г}$. По примерам 9 и 11 наблюдается резкое увеличение насыпной массы продукта, что отрицательно сказывается на усиливающих свойствах резин.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет ускорить процесс за счет увеличения коэффициента фильтрации суспензии и получить продукт с развитой удельной поверхностью и низкой насыпной массой в пределах 160 - 180 г/л .

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения высокодисперсного диоксида кремния, включающий смешение гексафторкремниевой кислоты с аммиачной водой при распылении при величине критерия Вебера $(0,005-2) \times 10^4$, перемешивание полученной суспензии, фильтрацию, промывку и сушку осадка, отличающийся тем, что, с целью сокращения времени проведения процесса за счет ускорения процесса фильтрации, используют 18-26%-ную гексафторкремниевую кислоту и до стадии фильтрации суспензию обрабатывают 10-26%-ным раствором фторида аммония или раствором той же концентрации, содержащим смесь фторида и бифторида аммония, или маточным раствором, полученным после фильтрации суспензии, причем обработку ведут при массовом соотношении суспензия:раствор 2,52-3,28:1.

Примеры по способу	Условия получения					Результаты опытов				
	Концентрация H_2SiF_6 , мас. %	Состав раствора фторида аммония, мас. %	Массовое соотношение суспензии к раствору	We	pH	Удельная поверхность по фенолу, $\text{м}^2/\text{г}$	Коэффициент фильтрации $\text{см/сек} \cdot 10^{-6}$	Насыпная масса, г/л	Содержание F-иона в продукте, мас. %	Содержание NH_4F в фильтрате, мас. %
Известному 1	16	-	-	100	8,8	183	0,25	210	0,11	15,8
Предлагаемому 2	22	NH_4F 18	2,9:1	100	8,8	165	0,45	160	0,50	18,7
3	18	NH_4F 26	3,28:1	50	8,7	185	0,58	170	0,34	18,8
4	26	NH_4F 10	2,51:1	$2 \cdot 10^4$	9,5	160	0,69	157	0,41	25,1
5	22	NH_4F 20 $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ 2	2,9:1	$1 \cdot 10^4$	7,5	189	0,40	180	0,52	19,3
6	22	Маточный раствор после фильтрации	2,9:1	$1 \cdot 10^4$	8,5	163	0,51	174	0,22	18,5
Запредельные значения 7	15	NH_4F 18	2,9:1	100	8,8	173	0,25	213	0,41	15,0
8	30	NH_4F 18 $\text{N}(\text{H}_4)_2\text{SiF}_6$ 0,3	2,9:1	$2 \cdot 10^4$	8,8	195	0,20	209	0,37	25,0
9	22	Маточный раствор после фильтрации	3,5:1	100	8,7	187	0,35	220	0,53	18,8
10	22	NH_4F 18 $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ 0,3	2:1	50	8,8	142	0,5	195	0,31	18,1

Примеры по способу	Условия получения					Результаты опытов				
	Концентрация H_2SiF_6 , мас. %	Состав раствора фторида аммония, мас. %	Массовое соотношение суспензии к раствору	We	pH	Удельная поверхность по фенолу, $\text{м}^2/\text{г}$	Коэффициент фильтрации $\text{см}/\text{сек} \cdot 10^{-5}$	Насыпная масса, г/л	Содержание F-иона в продукте, мас. %	Содержание NH_4F в фильтрате, мас. %
11	22	NH_4F 7 $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ 0,05	2,52:1	100	8,8	195	0,15	236	0,58	14,4
12	22	NH_4F 30 $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ 0,3	3,28:1	100	8,8	136	0,47	190	0,35	25,4

Редактор М.Петрова Составитель И.Веденеева Техред А.Кравчук Корректор А.Обручар

Заказ 1120 Тираж 317 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101